



Serviço Público Federal
Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro)

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0123/2023

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de cloridrato de 3,4-metilenodioxianfetamina

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 7996.0001

Código do serviço

7996

Data de emissão: A data de emissão deste certificado é correspondente à data da última assinatura eletrônica presente ao final do certificado.

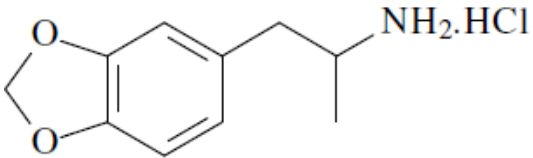
Declaração

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos das normas ABNT NBR ISO 17034 [1] e ABNT NBR ISO/IEC 17025 [2] e ao guia ABNT ISO GUIA 31 [3]. Este certificado é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (MRC) consiste de cloridrato de 3,4-metilenodioxianfetamina (Tabela 1) (MDA.HCl) de alta pureza. O material utilizado para certificação foi sintetizado no Inmetro em colaboração com o Instituto de Pesquisas de Produtos Naturais (IPPN) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), triturado, homogeneizado e envasado em frasco de vidro âmbar com tampa de borracha e lacre de alumínio, contendo aproximadamente 10 mg.

Tabela 1: Dados do cloridrato de 3,4-metilenodioxianfetamina

Fórmula molecular	$C_{10}H_{13}NO_2 \cdot HCl$	Fórmula estrutural
Massa molar (\pm incerteza combinada)	(215,6748 \pm 0,0067) g/mol [4]	
Chemical abstracts service (CAS)	6292-91-7	
Sinônimos	MDA.HCl Tenanfetamina.HCl	

Uso pretendido

Este MRC destina-se ao uso como calibrante e referência qualitativa para análises de cromatografia, espectrometria de massas, ressonância magnética nuclear (RMN) e para outros ensaios que demandem material com valor certificado de pureza ou identidade assegurada.

Valor certificado

O valor certificado é o que apresenta a mais elevada confiança na sua exatidão e para o qual todas as fontes de erro conhecidas ou potenciais foram pesquisadas e consideradas.

O valor certificado com sua incerteza expandida (U) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência $k=2$ está discriminado a seguir:

Fração em massa de cloridrato de 3,4-metilenodioxianfetamina: (991 \pm 14) mg/g

O valor certificado corresponde à pureza de (99,1 \pm 1,4) %, em termos de massa. Este valor foi atribuído por RMN quantitativa (RMNq) com correção das impurezas relacionadas por cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de diodos (Clae-DAD). Para determinar a incerteza expandida foi avaliada a contribuição da incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade de curta duração e caracterização [5].

Valor informativo

Valor informativo é um valor não certificado que não atende aos requisitos da ABNT NBR ISO 17034 para a certificação e pode ou não ser fornecido com incerteza associada. Esta incerteza pode refletir apenas a precisão das medições e não incluir todas as fontes de incerteza ou refletir uma falta de concordância estatística suficiente entre diferentes métodos.

Não aplicável.

Rastreabilidade metrológica

O valor certificado para pureza possui rastreabilidade metrológica ao mol, unidade de quantidade de matéria do Sistema Internacional de Unidades (SI), por meio da caracterização por RMNq, um procedimento de medição primário. O preparo gravimétrico das amostras com rastreabilidade metrológica ao kg, unidade de massa do SI, garantiu uma cadeia ininterrupta de calibrações.

A identidade do material foi comprovada pelas análises seguintes:

RMN de 1H em D_2O : δ 1,30 ppm (3H, d); 2,85 ppm (2H, ddd); 3,57 ppm (1H, sext); 5,98 ppm (2H, s); 6,80 ppm (1H, dd); 6,86 ppm (1H,d); 6,91 ppm (1H, d).

RMN de ^{13}C em D_2O : δ 17,40; 39,71; 49,13; 101,07; 108,62; 109,61; 122,68; 129,80; 146,25; 147,45 ppm.

RMN-2D (COSY e HSQC) em D₂O: todas as correlações foram observadas de forma consistente com a estrutura do composto.

Espectro de massas (EM) obtido com ionização por eletrospray (ESI) e dissociação induzida por colisão (CID): m/z 180,1 (M+H)⁺, 163, 135, 133, 105.

Espectro de massas de alta resolução obtido com ESI: m/z 180,1034, representando um erro de massa de 5,5 ppm com relação à massa monoisotópica esperada do composto (m/z 180,1024).

Método analítico

A homogeneidade entre frascos foi estudada a partir de 6 frascos selecionados pela abordagem aleatória estratificada, sendo cada frasco analisado por meio de no mínimo 3 replicatas verdadeiras. A homogeneidade dentro do frasco foi avaliada por meio de três injeções de 3 subamostras de 3 frascos. As amostras foram analisadas por Clae-DAD e os resultados foram avaliados pela área corrigida pela fração mássica da solução. Não foi observada tendência de acordo com a ordem de envase do material ou de análise cromatográfica. A incerteza foi avaliada pelo desvio-padrão calculado a partir das médias dos quadrados do teste de Anova [6].

A estabilidade do material para o transporte foi avaliada por 28 dias a 50 °C. As amostras foram analisadas por Clae-DAD. A regressão linear dos dados mostrou que a inclinação da reta não foi significativamente diferente de zero, o que demonstrou a estabilidade do material. A incerteza foi determinada pelo produto entre erro padrão do coeficiente angular e o tempo de estudo [6].

A caracterização foi realizada por RMNq, um procedimento de medição primário, corrigido pelas impurezas relacionadas determinadas por Clae-DAD utilizando a normalização de áreas com fatores de resposta. Foram encontradas como impurezas: a 1,3-benzodioxol-5-propanamina e dois pares enantioméricos de dímeros da MDA.

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

A massa mínima do material que pode ser utilizada sem comprometer o valor certificado é 2 mg. Antes de estabelecer a massa que será pesada deste MRC, observar os limites de pesagem da balança utilizada e se a contribuição da incerteza da pesagem na carga utilizada é adequada ao uso pretendido. O frasco deve ser utilizado apenas uma vez no preparo de soluções-estoque ou de uso. A Figura 1 mostra um espectro de RMN de ¹H do material.

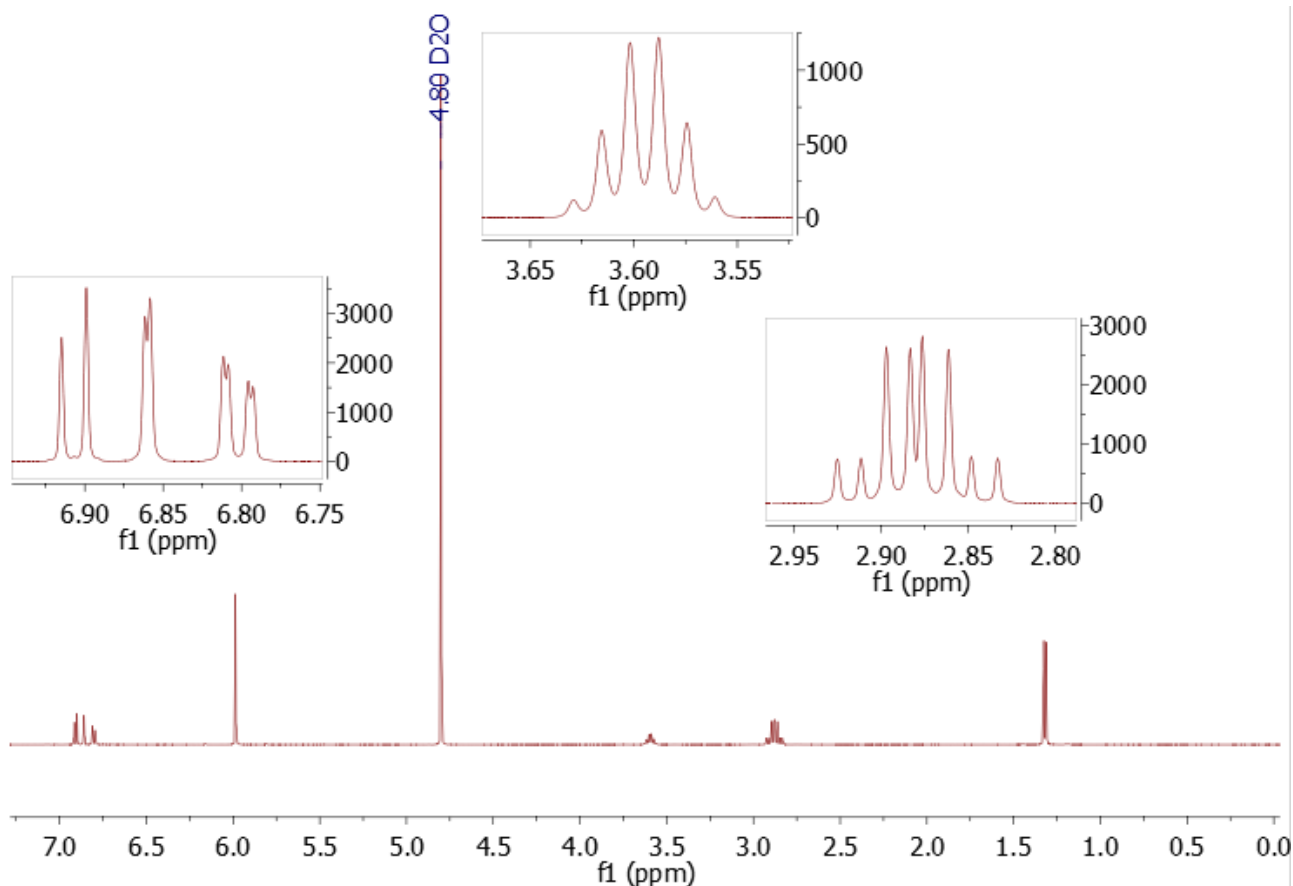


Figura 1: Espectro de RMN de ^1H a 500 MHz para o MDA.HCl em D_2O

Transporte e armazenagem

Este MRC deve ser armazenado em temperatura entre 20 e 25 °C. O material não teve a estabilidade para usos repetidos avaliada e deve ser utilizado apenas uma vez após abertura do frasco.

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos), disponível no endereço eletrônico do Inmetro (www.inmetro.gov.br).

Prazo de validade

O MRC 7996.0001 é válido até **31 de janeiro de 2025**.

Este MRC deve ser manuseado e armazenado de acordo com as instruções fornecidas neste certificado. Este material é de uso único, devendo ser utilizado logo após abertura do frasco. O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado ou alterado.

O Inmetro mantém um programa de monitoramento de todos os MR e MRC. Qualquer alteração no valor certificado durante o prazo de validade será comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
Chefe Substituto da Divisão de Metrologia Química	Fabiano Barbieri Gonzaga
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsáveis pelas medições analíticas	Fernanda Gadini Finelli (IPPN/UFRJ, síntese) Bruno Carius Garrido Thaís Goulart Silva Maíra Fasciotti Pinto Lima
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Bruno Carius Garrido Wagner Wollinger Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

A certificação desse MRC teve apoio financeiro da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) por meio do Programa de Cooperação Acadêmica em Segurança Pública e Ciências Forenses, edital nº 16/2020, no âmbito do projeto "Desenvolvimento de materiais de referência certificados de compostos anfetamínicos".

Histórico de revisão

Não aplicável.

Referências

- [1] ABNT NBR ISO 17034:2017 Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [2] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [3] ABNT ISO GUIA 31:2017 Materiais de Referência - Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [4] MEIJA, J. *et al.* Atomic weights of the elements 2013 (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, v. 88, n. 3, 2016.
- [5] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement – GUM 2008, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
- [6] ABNT ISO GUIA 35:2020, Materiais de referência - Guia para caracterização e avaliação da homogeneidade e estabilidade.

Inmetro – Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ – Brasil – CEP: 25250-020 Dimci – Tel: (21) 2679 9077/9210 – e-mail: mrc-solicitacao@inmetro.gov.br



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 06/02/2023, ÀS 09:49, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

ELIANE CRISTINA PIRES DO REGO
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 07/02/2023, ÀS 08:32, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

FABIANO BARBIERI GONZAGA
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica, Substituto(a)

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0 informando o código verificador **1431800** e o código CRC **DA7FA20B**.

